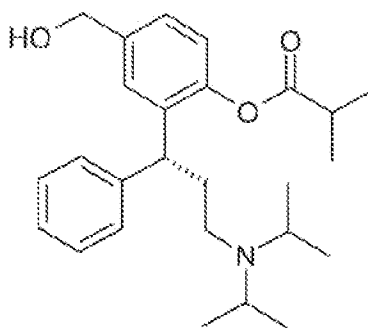


# Exhibit A

Laborjournal: T. Schröder

Datum: 29.01.03

Destillation von  
SPM 8224  
(R-HO/-OiBut)  
R-(+)-2-[3-(Diisopropylamino)-1-phenylpropyl]-4-(hydroxymethyl)-  
phenyl-2-methyl-propanoat



M 411.59

**Ansatz:**

Menge	Verbindung	Molgewicht	mMol	sonstiges
5,03g	SPM 8224	411,59	12,22	Keine RD-Nummer angegeben

**Durchführung:**

Das ölige SPM 8224 wird in einen Rundkolben gegeben und unter Vakuum destilliert. Die Temperatur des Ölbad es wird stufenweise auf 210°C erhöht und es wird eine Membranpumpe an die Destillationsapparatur angeschlossen. Die Auffangkolben an der Spinne werden durch ein Wasserbad gekühlt. Ab einer Temperatur von 100°C wird die Wasserkühlung abgestellt. Die Substanz wird für 100 Minuten thermisch belastet.

**Beobachtungen:**

Beim Anlegen des Vakuums fing das Öl an zu schäumen (bei ca 10 mbar). Nachdem das Schäumen sich gelegt hatte, wurde die Temperatur erhöht. Bei 23,6°C (Ölbad) / 6mbar fing das Öl an Blasen zu bilden. Ab ca. 100°C (Ölbad) / 6mbar konnte eine rosa Verfärbung erkannt werden. Es war nur noch schwache Blasenbildung zu sehen. Die Innentemperatur stieg von 24°C auf 26°C. Bei 130°C (Ölbad) / 6mbar war das Sieden fast vollständig zum Erliegen gekommen. Der „Reaktionskolben“ war von innen beschlagen (→ H<sub>2</sub>O?) und die Innentemperatur war auf 29°C gestiegen. Ab 150°C (Ölbad) / 6mbar war eine

Farbveränderung von rosa/gelb zu dunkelgelb/braun erkennbar. Der Kolben war immer noch beschlagen. Innentemperatur war bei 31°C. Bei 170°C (Ölbad)/ 5mbar wurde das Sieden wieder stärker. Aus dem „Beschlag“ bildeten sich Tropfen. Die Innentemperatur stieg auf 34°C. Die Temperatur wurde noch auf 208°C (Ölbad) erhöht. Das Öl siedete weiter und Tröpfchenbildung erfolgte.

Dann wurde die Apparatur belüftet und langsam abgekühlt. Das Sieden hörte bei 193°C (Ölbad)/ 10mbar auf.

Das Öl konnte nicht destilliert werden.

**HPLC-Ergebnisse:**

**NMR-Ergebnisse:** Das Spektrum zeigt nur minimale Verunreinigungen. Keine Veränderungen zu SPM 8224 erkennbar.

Ch.B.:	<sup>1</sup> H	<sup>13</sup> C	
Jh12015	X	X	88mg, CDCl <sub>3</sub>